

(19) 【発行国】 日本国特許庁 ( J P )

(19) [Publication Office] Japanese Patent Office (JP)

(12) 【公報種別】 公開特許公報 ( A )

(12) [Kind of Document] Japan Unexamined Patent Publication (A)

(11) 【公開番号】 特開平 9 - 1 1 1 6 2 9

(11) [Publication Number of Unexamined Application] Japan Unexamined Patent Publication Hei 9 - 111629

(43) 【公開日】 平成 9 年 ( 1 9 9 7 ) 4 月 2 8 日

(43) [Publication Date of Unexamined Application] 1997 (1997) April 28 day

(54) 【発明の名称】 不織布およびその製造法

(54) [Title of Invention] NONWOVEN FABRIC AND ITS PRODUCTION METHOD

(51) 【国際特許分類第 6 版】

(51) [International Patent Classification 6th Edition]

D04H 1/42

D04H 1/4 2

1/72

1/72

【 F I 】

[FI]

D04H 1/42 T

D04H 1/4 2 T

1/72 A

1/72 A

【審査請求】 未請求

[Request for Examination] Examination not requested

【請求項の数】 6

[Number of Claims] 6

【出願形態】 O L

[Form of Application] OL

【全頁数】 8

[Number of Pages in Document] 8

(21) 【出願番号】 特願平 7 - 2 7 1 0 4 4

(21) [Application Number] Japan Patent Application Hei 7 - 271044

(22) 【出願日】 平成 7 年 ( 1 9 9 5 ) 1 0 月 1 9 日

(22) [Application Date] 1995 (1995) October 19 day

(71) 【出願人】

(71) [Applicant]

【識別番号】 0 0 0 0 0 3 1 6 0

[Applicant Code] 00000 31 60

【氏名又は名称】 東洋紡績株式会社

[Name] TOYOBO CO. LTD. (DB 69-053-8160)

【住所又は居所】 大阪府大阪市北区堂島浜 2 丁目 2 番 8 号

[Address] Osaka Prefecture Osaka City Kita-ku Dojimahama 2-2-8

(72) 【発明者】

(72) [Inventor]

【氏名】 田中 茂樹

[Name] Tanaka Shigeki

【住所又は居所】 滋賀県大津市堅田二丁目 1 番 1 号 東  
(57) 【要約】

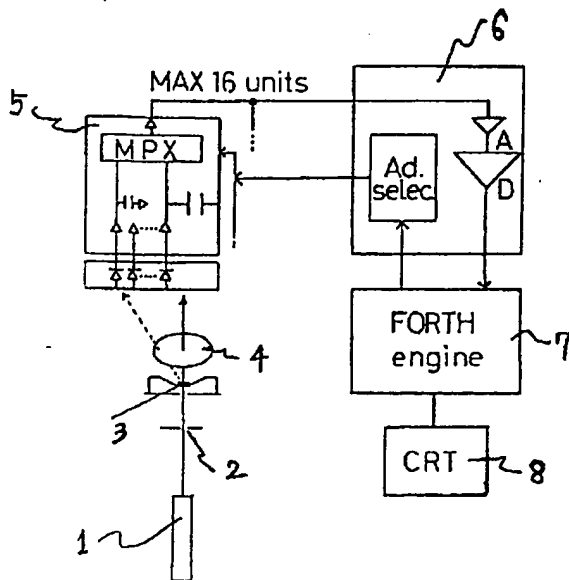
(57) [Abstract]

【課題】 寸法安定性および接着性にすぐれた不織布およびその製造法を提供する。

【解決手段】 結晶化速度の異なる2つの成分からなるポリマーの混合物からなり、結晶化速度の速い第1成分と結晶化速度の遅い第2成分とを、混合質量比90～40：10～60で混合した混合ポリマーよりなる不織布およびその製造法

[Problem] Nonwoven fabric and its production method which are superior in dimensional stability and adhesiveness are offered.

[Means of Solution] It consists of mixture of polymer which consists of 2 components where crystallization rate differs, consists of blended polymer which mixes with the 1st component where crystallization rate is fast and second component where crystallization rate is slow, with blended mass ratio 90 to 40:10 to 60 nonwoven fabric and its production method which



【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記の式で定義される過冷却度0.15の状態における結晶化速度が50(1/秒)以上のポリマーよりなる第1成分と該結晶化速度が2(1/秒)以下のポリマーよりなる第2成分とが、混合質量比90～40：10～60で混合されたポリマーからなる不織布であって、該不織布を構成する繊維の平均繊維径が0.5～20μmの範囲にあり、該不織布は充填率が0.05～0.3の範囲にあり、該第1成分ポリマーの融点とガラス転移温度の平均値に相当する温度での乾熱収縮率が10%以下であることを特徴とする不織布。

過冷却度 = (平衡融点 - 結晶化温度) / 平衡融点

【請求項2】 第1成分がポリブチレンテレフタレート

【Claim(s)]

[Claim 1] 1st component where crystallization rate in state of supercooling degree 0.15 which is defined with below-mentioned formula consists of polymer above 50(1/ second) and the said crystallization rate consists of polymer below 2(1/ second) second component where, Being a nonwoven fabric which consists of polymer which is mixed with the blended mass ratio 90 to 40:10 to 60, average fiber diameter of fiber which forms said nonwoven fabric is a range of 0.5 to 20 μm, said nonwoven fabric fill factor is a range of 0.05 to 0.3, nonwoven fabric which designates that melting point of said 1st component polymer and dry heat shrinkage with temperature which is suitable to mean value of glass transition temperature are 10 % or lower as feature.

Supercooling degree = (equilibrium melting point - crystallization temperature) / equilibrium melting point

[Claim 2] 1st component consists of polybutylene terephthalate

からなり、第2成分がポリエチレンテレフタレートもしくはポリプロピレンテレフタレートのいずれかまたはそれらの混合物である請求項1記載の不織布。

【請求項3】 請求項1又は請求項2の不織布と、請求項1の結晶化速度が2(1/秒)以下のポリマーを主成分とする繊維からなる不織布とが接着されてなり、接着強度が250g/2cm以上である積層不織布。

【請求項4】 請求項1の不織布の第1成分ポリマーの融点とガラス転移温度の平均値に相当する温度での乾熱収縮率が10%以下である請求項3に記載の積層不織布。

【請求項5】 カレンダー加工により充填率が0.2～0.9の範囲に調整された請求項1～4項のいずれか1項に記載の不織布。

【請求項6】 極限粘度が0.4～1.2のポリブチレンテレフタレートよりなる第1成分と、極限粘度が0.4～0.7の間にあるポリエチレンテレフタレートもしくは極限粘度が0.4～1.0のポリプロピレンテレフタレートまたはこれらの混合物のいずれかよりなる第2成分を、混合質量比90～40:10～60で混合して、押出機スクリューにより温度を230～285℃、回転速度5～30RPMで0.5～10分混合してから押し出した混合物を、230～275℃の温度域で単孔あたり0.1g/分～3g/分で押し出し、ついで細化させる事の特徴とする不織布の製造法。

#### 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、高温での寸法安定性が良くかつ熱融着性がよい不織布、及びかかる不織布を効率的に生産する製造法に関する。

【0002】

【従来の技術】 一般に、結晶化速度の遅いポリマーは、紡糸、延伸処理により不織布を製造する際に配向結晶化させるのが難しく、また、高温での寸法安定性を確保するために単孔吐出量を大きくすることが難しく、生産性に問題があることが知られている。他方、結晶化速度の速すぎるポリマーは、寸法安定性については問題が少ないが、逆に結晶化が進みすぎるために熱融着性が損なわれやすく、融点近傍までポリマーを加熱する必要がある

te, nonwoven fabric which is stated in the Claim 1 where second component is any or mixture of those of polyethylene terephthalate or the polypropylene terephthalate.

[Claim 3] Nonwoven fabric which consists of fiber where nonwoven fabric of Claim 1 or Claim 2 and the crystallization rate of Claim 1 designate polymer below 2(1/second) as the main component glueing, it becomes, laminated nonwoven fabric where adhesion strength is 250g/2 cm or greater.

[Claim 4] Laminated nonwoven fabric which is stated in Claim 3 where melting point of 1st component polymer of the nonwoven fabric of Claim 1 and dry heat shrinkage with temperature which is suitable to mean value of glass transition temperature are 10 % or lower.

[Claim 5] Nonwoven fabric which is stated in any one claim of Claims 1 through 4 section where the fill factor was adjusted range of 0.2 to 0.9 by calendering .

[Claim 6] Intrinsic viscosity consists of polybutylene terephthalate of 0.4 to 1.2 1st component where, polyethylene terephthalate or intrinsic viscosity where intrinsic viscosity is between 0.4 to 0.7 polypropylene terephthalate of 0.4 to 1.0 or consists of any of these blend second component which, Mixing with blended mass ratio 90 to 40:10 to 60, after 0.5 to 10 min mixing temperature with 230 to 285 °C and rotational speed 5 to 30 rpm, with extruder screw extrusion it is blend, with the temperature region of 230 to 275 °C per single hole with 0.1 g/minute to 3 g/minute extrusion, production method of the nonwoven fabric which designates that thinning it does next as feature.

#### [Description of the Invention]

[0001]

[Technological Field of Invention] As for this invention, dimensional stability with high temperature to be good and nonwoven fabric and where hot melt adhesion is good and regards production method which produces nonwoven fabric which catches in efficient.

[0002]

[Prior Art] It is difficult generally, as for polymer where crystallization rate is slow, when producing nonwoven fabric by yarn-spinning, drawing, oriented crystallization to do, in addition, that it is informed it is difficult, is problem in productivity to enlarge single hole extrusion amount in order to guarantee dimensional stability with high temperature. Speed of other and crystallization rate as for polymer which it passes, the problem is little concerning dimensional stability. hot melt

、融点が高いポリマーやポリマー樹脂自身の硬度が高い場合にはカレンダー加工などの融着加工性が良くないという問題があった。

【0003】ポリエチレンテレフタレート（以下「PET」という。）やポリブチレンテレフタレート（以下「PBT」という。）などよりなるポリエステル系繊維の不織布は、その優れた耐熱性や強度特性などにより様々な分野に利用されている。しかしながら、PETの場合には、結晶化速度が遅いため、紡糸時に単孔あたりの吐出量を大きくすると配向結晶化が不十分となり乾熱収縮率が高くなって寸法安定性に問題があった。特に、極細繊維不織布を得るための手段であるメルトブロー法では、繊維を細くするために高温でポリマーを低粘度の状態にして紡糸する事が必要でありそのため配向結晶化が進みにくく、110℃以上の高温での寸法安定性を得ることが難しく、緊張下熱処理やアセトン浸漬による結晶化後処理により寸法安定化処理することが必要であった。他方、PBTの場合には、結晶化速度が速いため高温での寸法安定性については問題がほとんどなく、メルトブロー法などの紡糸方法にも適しているが、逆に結晶化が進みすぎるためカレンダー加工などによる熱融着処理を行っても、繊維が溶融しにくいために接着性があまり良くないという問題があった。

【0004】特に、PET素材の不織布とPBT素材の不織布ではその接着が難しく、十分接着させるにはかなり高温まで不織布を加熱する必要があり、加工時において収縮によりシワが発生するなどの問題があった。また、十分な接着強度を得るには接着加工温度を高くせざるをえず、一部が溶融し透明フィルム化するという問題があった。

【0005】これらの問題点を解決するための手段として、特開昭59-223312や特開平6-116484などに開示されているように2種類以上のポリマーをブレンドすることが考えられる。しかしながら、特開昭59-223312で開示されているバインダー繊維の製造法においては、予備収縮処理が必要であるため工程が複雑であり、通常の不織布製造工程には適用は好ましくなかった。また、該繊維は接着が目的であり単体の構造体としての不織布そのものとは異なった特性を目標としていた。さらに、該特許で適用されるPBTの質量分

adhesion is easy to be impaired because crystallization advances too much conversely, it is necessary to heat polymer to melting point vicinity, when the hardness of polymer and polymer resin itself where melting point is high is high, there was a problem that calendering process or other melt adhesion fabricability is not good.

[0003] Polyethylene terephthalate (Below "PET" with you say.) and nonwoven fabric of polyester fiber which consists of polybutylene terephthalate (Below "PBT" with you say.) etc is utilized in various field that by heat resistance and the strength characteristic etc which are superior. But, in case of PET, when because crystallization rate is slow, extrusion amount per single hole is enlarged at time of yarn-spinning oriented crystallization becomes the insufficient, dry heat shrinkage becoming high, there was a problem in dimensional stability. Especially, It is necessary with high temperature with polymer as state of the low viscosity and with melt blowing method which is a means in order to obtain the extremely thin fiber nonwoven fabric, in order to make fiber thin yarn-spinning to do, because of that fact that oriented crystallization is difficult to advance, dimensional stability with the high temperature of 110 °C or higher obtains was difficult, heat treatment under the tension and dimensional stabilization fact that it treats necessary crystallization post-treatment due to the acetone immersion with. In case of other and PBT, because crystallization rate is fast, with the high temperature there is not a problem concerning dimensional stability, is suitable for also melt blowing method or other yarn-spinning method for most part, but because crystallization advances too much conversely, doing hot melt adhesion treatment with calendering process etc there was a problem that adhesiveness is not good excessively because fiber is difficult to melt.

[0004] Especially, with nonwoven fabric of PET material and nonwoven fabric of PBT material the glueing is difficult, fully glues it was necessary considerably to heat nonwoven fabric to high temperature, in when processing there was a or other problem where wrinkle occurs due to contraction. In addition, to obtain satisfactory adhesion strength, bonding operation temperature high helix strainer is not obtained, there was a problem that part melts and to transparent film converts.

[0005] As these Means to Solve the Problems, as disclosed in Japan Unexamined Patent Publication Showa 59 - 223 31 2 and Japan Unexamined Patent Publication Hei 6 - 116484 etc, it can think of polymer of 2 kinds or more that it blends. But, because preparatory shrink treatment is necessary, regarding production method of binder fiber which is disclosed with Japan Unexamined Patent Publication Showa 59 - 223 31 2, step to be complicated, in the conventional nonwoven manufacturing process as for application without being desirable. In addition, said fiber glueing was object and nonwoven fabric as the structure

率が20～50%の間の範囲では接着性は改善されるものの、単孔吐出量を大きくすると高温での寸法安定性に著しい問題を生じるという問題があった。また、PBT質量分率が50～60%の間の範囲では通常の紡糸条件下において、糸切れが発生し易く操作性に問題を生じた。

[0006] また、特開平6-116484に開示されている方法では、ランダム共重合ポリエステルを用いるため強度の低下の問題やオリゴマーのオリフィス部付着や糸切れなどにより操作性が低下するという問題点を生じた。従って、ランダム共重合ポリエステルを用いた系では、安定して紡糸を実施するためには該特許の実施例にあるように2成分系の複合紡糸をすることが必要であった。

[0007] また、特開平4-2850ではPBTを材質とする繊維ウェブが開示されており、熱的な寸法安定性のよいメルトブローンウェブも開示されているが、本発明が課題とする生産性や熱融着性（例えばカレンダー加工性、他の不織布との接着性など）に問題があった。

[0008] その他、最近ポリプロピレンテレフタレート（以下「PPT」という。）についても、平均繊維径が10～40μmのспанbond不織布や平均繊維径が0.5～10μmのメルトブローン不織布が、PBTとほぼ同等の紡糸条件で得られるようになってきた。しかるに、伸度特性は優れるが、強度特性が不十分であるという問題があった。

[0009]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、寸法安定性、接着性のよい不織布、特に好ましくは耐熱性や強伸度特性に優れたポリエステル系繊維の不織布および該不織布を生産性よく製造する方法を提供することを課題とする。

[0010]

【課題を解決するための手段】本発明は、前記課題を解決するために次の手段をとる。すなわち第1番目の発明は、下記の式で定義される過冷却度0.15の状態における結晶化速度が50（1/秒）以上のポリマーよりなる第1成分と、該結晶化速度が2（1/秒）以下のポリ

of unit itself characteristic which differs was designated as the goal. Furthermore, mass content of PBT which is applied with said patent in range between 20 to 50 % as for adhesiveness although it is improved, when the single hole extrusion amount is enlarged, had problem that causes considerable problem in dimensional stability with high temperature. In addition, PBT mass content in range between 50 to 60 % yarn break to occur caused problem easily in operation in under conventional spinning condition.

[0006] In addition, with method which is disclosed in Japan Unexamined Patent Publication Hei 6 - 116484, in order to use random copolymerization polyester, problem that was caused operation decreases with the problem of decrease of intensity and orifice part deposit and yarn break etc of oligomer. Therefore, with system which uses random copolymerization polyester, stabilizing, in order to execute yarn-spinning, in order for there to be a Working Example of said patent, it was necessary to do multicomponent spinning of 2-component system.

[0007] In addition, with Japan Unexamined Patent Publication Hei 4 - 2850 fiber web which designates PBT as the material is disclosed, also melt blown web where thermal dimensional stability is good is disclosed, but there was a problem in productivity and hot melt adhesion (for example calendaring characteristic, such as adhesiveness of other nonwoven fabric) which the this invention makes problem.

[0008] In addition, recently concerning polypropylene terephthalate (Below "PPT" with you say.), average fiber diameter spun bond nonwoven fabric and the average fiber diameter of 10 to 40 m melt blown nonwoven fabric of 0.5 to 10 m, reached point where it is acquired with spinning condition which is almost equal to PBT. therefore, elongation characteristic is superior, but there was a problem that the strength characteristic is insufficient.

[0009]

[Problems to be Solved by the Invention] This invention designates that method which nonwoven fabric and said nonwoven fabric of the polyester fiber which is superior in nonwoven fabric particularly preferably heat resistance and tenacity where dimensional stability and adhesiveness are good productivity well is produced is offered as problem.

[0010]

[Means to Solve the Problems] This invention takes following means in order to solve the aforementioned problem. Namely as for invention of first, crystallization rate in state of supercooling degree 0.15 which is defined with below-mentioned formula consists of polymer above 50(1/second) the 1st

マーよりなる第2成分とが、混合質量比90～40:10～60で混合されたポリマーからなる不織布であって、該不織布を構成する繊維の平均繊維径が0.5～20  $\mu\text{m}$ の範囲にあり、該不織布は充填率が0.05～0.3の範囲にあり、該第1成分ポリマーの融点とガラス転移温度の平均値に相当する温度での乾熱収縮率が10%以下であることを特徴とする不織布である。

過冷却度 = (平衡融点 - 結晶化温度) / 平衡融点

【0011】また、第2番目の発明は、第1番目の発明において、第1成分がポリブチレンテレフタレート、第2成分がポリエチレンテレフタレートもしくはポリプロピレンテレフタレートのいずれかまたはそれらの混合物である不織布である。

【0012】さらにまた、第3番目の発明は、第1番目又は第2番目の不織布と、結晶化速度が2(1/秒)以下のポリマーを主成分とする繊維からなる不織布とが接着されてなり、接着強度が250g/2cm以上である積層不織布である。

【0013】また、第4番目の発明は、第3番目の発明において、第1番目の発明の不織布の第1成分ポリマーの融点とガラス転移温度の平均値に相当する温度での乾熱収縮率が10%以下である積層不織布である。

【0014】さらに、第5番目の発明は、第1番目の発明から第4番目までの発明において、カレンダー加工により充填率が0.2～0.9の間にあるよう調整され不織布である。

【0015】また、第6番目の発明は、極限粘度が0.4～1.2のポリブチレンテレフタレートよりなる第1成分と、極限粘度が0.4～0.7の間にあるポリエチレンテレフタレートもしくは極限粘度が0.4～1.0のポリプロピレンテレフタレートまたはこれらの混合物のいずれかよりなる第2成分を、混合質量比90～40:10～60で混合して、押出機スクリーにより温度を230～285℃、回転速度5～30RPMで0.5～10分混合してから押し出した混合物を、230～275℃の温度域で単孔あたり0.1g/分～3g/分で押し出し、ついで細化させる事の特徴とする不織布の製造法である。

【0016】以下に本発明を詳細に説明する。本発明の

component where, said crystallization rate consists of polymer below 2(1/ second) second component where, Being a nonwoven fabric which consists of polymer which is mixed with the blended mass ratio 90 to 40:10 to 60, average fiber diameter of fiber which forms said nonwoven fabric is a range of the 0.5 to 20 m, said nonwoven fabric fill factor is a range of 0.05 to 0.3, it is a nonwoven fabric which designates that melting point of said 1st component polymer and dry heat shrinkage with the temperature which is suitable to mean value of glass transition temperature are 10 % or lower as feature.

Supercooling degree = (equilibrium melting point - crystallization temperature) / equilibrium melting point

[0011] In addition, invention of second 1st component is non woven fabric where the polybutylene terephthalate and second component are any or mixture of those of polyethylene terephthalate or the polypropylene terephthalate at time of inventing first.

[0012] Furthermore and, invention of third becomes nonwoven fabric which consists of fiber where nonwoven fabric and crystallization rate of first or second designate polymer below 2(1/ second) as main component glueing, it is laminated nonwoven fabric where adhesion strength is 250g/2 cm or greater.

[0013] In addition, invention of 4th is laminated nonwoven fabric where melting point of the 1st component polymer of nonwoven fabric of invention of first and dry heat shrinkage with the temperature which is suitable to mean value of glass transition temperature are 10 % or lower at the time of inventing third.

[0014] Furthermore, invention of fifth is adjusted and in order for the fill factor to be between 0.2 to 0.9, at time of inventing to 4th, depending upon calendaring from invention of first it is a nonwoven fabric.

[0015] In addition, As for invention of sixth, intrinsic viscosity consists of polybutylene terephthalate of 0.4 to 1.2 1st component where, polyethylene terephthalate or intrinsic viscosity where intrinsic viscosity is between 0.4 to 0.7 polypropylene terephthalate of 0.4 to 1.0 or consists of any of these blend second component which, Mixing with blended mass ratio 90 to 40:10 to 60, after 0.5 to 10 min mixing temperature with 230 to 285 °C and rotational speed 5 to 30 rpm, with extruder screw extrusion it is blend, with the temperature region of 230 to 275 °C per single hole extrusion, it is a production method of nonwoven fabric which designates that thinning it does next as feature with the 0.1 g/minute to 3 g/minute.

[0016] This invention is explained in detail below. As for nonw

不織布はスパンボンド法またはメルトブロー法により製造される長繊維不織布である事が望ましいが、短繊維より構成された不織布でもよい。本発明の不織布を構成するポリマーは、過冷却度が0.15の状態における結晶化速度  $dQ_{HV}/dt$  が50 (1/秒) 以上のポリマーよりなる第1成分と、結晶化速度が2 (1/秒) 以下のポリマーよりなる第2成分とが混合された混合ポリマーからなる。これは、結晶化速度の高いポリマーの持つ優れた熱的な寸法安定性と、結晶化速度の低いポリマーの持つ優れたヒートシール性や相互接着性との両立を目的としている。結晶化速度が2を超え50未満のポリマーのみを用いることは、寸法安定性と接着性のバランスの良い不織布を安定して効率的に生産する点から好ましくない。

【0017】ここで、結晶化速度はポリマー分子種や分子量などに依存するため、規格化して相对比较できるように(平衡融点-結晶化温度)/平衡融点で定義される過冷却度が1.5の状態にて測定する。前記平衡融点は、ホフマン-ウィークスプロットにより得られる外挿値であり、各等温結晶化温度( $T_c$ )で結晶化させたサンプルの融点( $T_m$ )をDSC(示差走査熱量計)で測定し、 $T_c$ と $T_m$ の関係をグラフにプロットしてそれらの点の回帰直線と、 $T_m = T_c$ の直線との交点を平衡融点とした。なお、結晶化温度は、等温結晶化を行なうホットプレート温度を意味する。

【0018】また、結晶化速度  $dQ_{HV}/dt$  は、ポリマーをホットプレート上で等温結晶化する際に、図1の様な小角散乱測定装置によりヘリウム-ネオンレーザー(波長6328オングストローム)をサンプルに照射した際の散乱光の強度  $I_{HV}(q)$  と散乱角  $\theta$  の時間依存性を測定し、散乱光の強度  $I_{HV}(q)$  を用い、下式により積分した  $Q_{HV}$  の時間に対する依存性を調べてそのグラフの傾きより  $dQ_{HV}/dt$  を求めた。

$$Q_{HV} = \int_0^{\infty} I_{HV}(q) q^2 dq \quad : \quad q = (4\pi/\lambda) \sin(\theta/2)$$

なお、 $\lambda$ は波長(オングストローム)であって、 $q$ は変換パラメーターである。図1において、1はHe-Ne

oven fabric of this invention it is desirable to be a filament nonwoven fabric which is produced by spunbonded process or melt blowing method, but it is good even with nonwoven fabric which from short fiber is formed. As for polymer which forms nonwoven fabric of this invention, it consists of the blended polymer where 1st component where crystallization rate  $dQ_{HV}/dt$  supercooling degree in state of the 0.15 consists of polymer above 50(1/second) and second component where the crystallization rate consists of polymer below 2(1/second) are mixed. both achievements of heat seal property and mutual adhesiveness which polymer where the thermal dimensional stability and crystallization rate which this has and is superior polymer where the crystallization rate is high are low it has and are superior is designated as the object. crystallization rate exceeds 2 and to use only polymer under 50, stabilizing nonwoven fabric whose balance of dimensional stability and adhesiveness is good, it is not desirable from point which it produces in the efficient.

[0017] Here, as for crystallization rate because it depends on polymer molecule kind and molecular weight etc, standardization doing, relative comparative in order for it to be possible, the supercooling degree which is defined with (equilibrium melting point - crystallization temperature) / equilibrium melting point measures with state of the 1.5. Aforementioned equilibrium melting point was extension which is acquired by Hoffman-W Weeks plot, with each isothermal crystallization temperature ( $T_c$ ) it measured melting point ( $T_m$ ) of the sample which crystallization is done with DSC (differential scanning calorimeter), was related  $T_c$  between  $T_m$  and plot designated regression line of those points and intersection of straight line of  $T_m = T_c$  as equilibrium melting point in graph. Furthermore, crystallization temperature means hot plate temperature which does isothermal crystallization.

[0018] In addition, crystallization rate  $dQ_{HV}/dt$ , when isothermal crystallization doing polymer on hot plate, the case where helium-neon laser (wavelength 6328 Angstrom) was irradiated to sample with the small angle scattering measuring apparatus like Figure 1 measured strength  $I_{HV}(q)$  of scattered light, and time-dependence of the scattering angle inspecting dependency for time of  $Q_{HV}$  which is integrated making use of strength  $I_{HV}(q)$  of scattered light, with formula below sought the  $dQ_{HV}/dt$  from slope of graph.

Furthermore, as for being a wavelength (Angstrom), as for  $q$  it is a conversion parameter. In Figure 1, as for 1 as for He-Ne

レーザー、2はピンホール、3はサンプル、4はアナライザー、5はフォトダイオード受光ユニット、6は変換・調整器、7は処理装置、8は画面である。

【0019】本発明に適用されるポリマーは、耐熱性及び強度特性などの優れた特性からポリエステルである事が好ましい。特に好ましいポリマー成分としては、PBTよりなる第1成分とPETもしくはPPTまたはそれらの混合物のいずれかよりなる第2成分との混合ポリマーにより構成されるポリマーである。ここでPBTとは、テレフタル酸を主たる酸成分とし、テトラメチレングリコールを主たるグリコール成分とするポリエステルであってテトラメチレンテレフタレート単位を主たる繰返し単位とするものである。また、PPTとは、テレフタル酸を主たる酸成分とし、トリメチレングリコールを主たるグリコール成分とするポリエステルであってトリメチレンテレフタレート単位を主たる繰返し単位とするものである。また、PETとは、テレフタル酸を主たる酸成分とし、ジメチレングリコールを主たるグリコール成分とするポリエステルであってジメチレンテレフタレート単位を主たる繰返し単位とするものである。発明者らの測定によると、過冷却度が0.15の状態における結晶化速度 $dQ/dt$ は、PET、PPT、PBTでそれぞれ0.4、1.6、75であった。

【0020】これらの混合されるポリマーの粘度は同一温度、同一剪断速度下での熔融粘度差が、高い方の粘度の値の50%以下であることが好ましい。本発明者の検討の範囲では、好ましくはPETの粘度よりもPBTの粘度の方がやや高い方が不織布の寸法安定性がよい傾向があったがその理由は明らかではない。

【0021】第1成分と第2成分の混合質量比は90:40:10~60の間に必要である。好ましくは第1成分と第2成分の混合比は80:60:20~40の間にあればのぞましく、さらに好ましくは該混合比が80:65:20~35の間に存在することである。第1成分の混合率が90%より大きくなるとバルクの特性がPBT単独の状態に近くなり、接着性の改善の程度が好ましくない。他方、混合率が40%より小さくなるとブレンドを実施しない状態に近くなり、結晶化速度が小さくなり過ぎるため熱的な寸法安定性が低下して好ましくない。第1成分の混合率が50%より小さくなったあたりから紡糸中の糸切れが増え始める傾向があったが、押出機での混合・混練り条件を厳密に規定する事によりある程度紡糸が可能となった。しかしながら第1成分の混合率が40%未満になると糸切れのために紡糸が困難となり、操作性に問題を生じた。

laser and 2 as for the pin hole and 3 as for sample and 4 as for the analyzer and 5 as for photodiode incident light unit and 6 conversion\* adjuster, as for 7 as for treatment apparatus and 8 it is a screen.

[0019] As for polymer which is applied to this invention, heat resistance and tenacity or other it is desirable to be a polyester from characteristic which is superior. Especially it is a polymer which is formed blended polymer of 1st component and the PET or by PPT which consist of PBT as desirable polymer component, or second component which consists of any of mixture of those. Being a polyester which PBT, designates terephthalic acid as main acid component there, designates tetramethylene glycol as main glycol component, it is something which designates tetramethylene terephthalate unit as main repeat unit. In addition, being a polyester which PPT, designates terephthalic acid as the main acid component, designates trimethylene glycol as main glycol component, it is something which designates trimethylene terephthalate unit as main repeat unit. In addition, being a polyester which PET, designates terephthalic acid as the main acid component, designates dimethylene glycol as main glycol component, it is something which designates dimethylene terephthalate unit as main repeat unit. According to measurement of inventors, crystallization rate  $dQ/dt$  supercooling degree in the state of 0.15, was 0.4, 1.6, 75 respectively with PET and the PPT, PBT.

[0020] As for viscosity of polymer where these are mixed melt viscosity difference under the same temperature, same shear rate, being a 50% or lower of value of viscosity of higher one is desirable. In range of examination of this inventor, one where viscosity of the PBT is a little higher in comparison with viscosity of preferably PET there was a tendency where dimensional stability of nonwoven fabric is good, but reason is not clear.

[0021] As for blended mass ratio of 1st component and second component it is necessary to be between 90 to 40:10 to 60. If proportion of preferably 1st component and second component is between 80 to 60:20 to 40, it is desirable, furthermore it means that preferably said proportion is between 80 to 65:20 to 35. When blend ratio of 1st component becomes larger than 90%, characteristic of bulk becomes close in state of PBT alone, extent of improvement of adhesiveness is not desirable. When other and blend ratio become smaller than 40%, it becomes close in state which does not execute blend, because crystallization rate becomes too small thermal dimensional stability decreasing, it is not desirable. blend ratio of 1st component 50% compared to had tendency where theyarn break in yarn-spinning starts increasing when it has become small from, but certain extent yarn-spinning became possible by stipulating mixed \* mixed condition with extruder



【0022】平均繊維径は0.5～20  $\mu\text{m}$ の間にある事が好ましい。繊維径が0.5  $\mu\text{m}$ より小さくなると不織布としての強度が低下して好ましくない。平均繊維径が20  $\mu\text{m}$ より大きくなると、風合いがかたくなったり操作性が低下するなどの問題が生じてあまり好ましくない。特に、フィルターとして用いる際には15  $\mu\text{m}$ 以下が好ましく、更に好ましくは6  $\mu\text{m}$ 以下である。また、繊維径の変動係数CV%は50%以下であることがシートの均一性の観点から好ましく、さらに好ましくは30%以下である。

【0023】本発明の不織布の充填率は、後加工を施さない状態で使用する際には、0.05から0.3の間にあることが好ましい。充填率が0.05未満になると、繊維の交絡点数が少なくなるためか、シートの強度が大幅に低下するという問題が生じる。充填率が0.3を超えた不織布を後加工なしで得る様な条件で紡糸を実施すると平均繊維径が0.5～20  $\mu\text{m}$ の間に設定する際には、紡糸時に不安定現象が出て糸切れが生じやすくなり、特にメルトブロー法においてはショットとよばれる繊維切断端がシートに孔をあけてピンホールを発生したり、透明状フィルム化するなどの問題を生じるので好ましくない。

【0024】本発明の不織布は、構成する第1成分ポリマーの融点とガラス転移温度の平均温度での乾熱収縮率が10%以下であることが必要である。ポリエステルの場合は、160℃前後での乾熱収縮率が10%以下である事が必要である。乾熱収縮率が10%より大きくなると積層や充填率調整を目的として、不織布を加熱フラット（プレーン）カレンダーまたは加熱エンボスカレンダーなどで処理する際にシートが収縮して均一な処理が困難となったりシワが入ったりする。好ましくは乾熱収縮率が6%以下、更に好ましくは3%以下である。発明者はPETの含有率が高くなるにつれ乾熱収縮率が高くなる傾向があることを見いだした。さらに、後加工により熱セット処理を実施してこの収縮率を更に低下させるのも好ましい形態の一つである。

【0025】本発明の不織布（不織布Aと称する）と、該不織布の第2成分を50～100%含有する不織布Bを70～220℃の温度域の間の温度で融着部面積が不織布全体の面積の8%になるように彫刻されたエンボス

strictly. But when blend ratio of 1st component is under 40 %, yarn-spinning became difficult because of yarn break, caused problem in operation.

[0022] As for average fiber diameter it is desirable to be between 0.5 to 20 m. When fiber diameter becomes smaller than 0.5 m, strength as nonwoven fabric decreasing, it is not desirable. When average fiber diameter becomes larger than 20 m, texture or other problem where strength being enough operation decreases occurring, it is not desirable excessively. Especially, case where it uses as filter 15 m or less is undesirable, furthermore it is a preferably 6 m or less. In addition, as for variance CV % of fiber diameter it is desirable from the viewpoint of uniformity of sheet/seat to be a 50 % or lower, furthermore it is a preferably 30 % or lower.

[0023] As for fill factor of nonwoven fabric of this invention, when using with state which does not administer postprocessing it is desirable from 0.05 to be between 0.3. When fill factor is under 0.05, quantity of entanglement point of fiber decreases because, problem that occurs strength of sheet decreases greatly. When yarn-spinning is executed with kind of condition which obtains then nonwoven fabric where fill factor exceeds 0.3 with postprocessing none when average fiber diameter sets between 0.5 to 20 m, unstable phenomenon appearing in time of yarn-spinning, yarn break to become easy to occur, fiber break edge which is called shot regarding the especially melt blowing method opening hole to sheet, it generates the pin hole, because or other problem which transparent state film formation is done is caused, it is not desirable.

[0024] As for nonwoven fabric of this invention, it is necessary for melting point of the 1st component polymer which is formed and dry heat shrinkage with average temperature of glass transition temperature to be the 10 % or lower. In case of polyester, it is necessary for dry heat shrinkage with approximately of 160 °C to be 10 % or lower. When dry heat shrinkage becomes larger than 10 %, when nonwoven fabric treating with heating flat (plane) calendaring or adding thermal embossing calendaring etc with laminate and fill factor adjustment as object, sheet contracting, uniform treatment becomes difficult and/or wrinkle enters. preferably dry heat shrinkage 6 % or lower, furthermore is preferably 3 % or lower. inventor as content of PET becomes high, discovered fact that it is tendency where dry heat shrinkage becomes high. Furthermore, executing heat set with postprocessing, this shrinkage ratio furthermore it is a one of form whose also it is desirable to decrease.

[0025] Occasion where heat bonding process it does, it is desirable nonwoven fabric of the this invention (It names nonwoven fabric A.) with, with embossing roll which in order with temperature between the temperature region of 70 to 220 °C

ロールにより加熱接着処理した際に、接着強度が250 g/2 cm以上であることが好ましく、さらに好ましくは500 g/2 cm以上、特に好ましくは750 g/2 cm以上である。接着強度は、エンボスの彫刻形態にも依存するが、押さえられた個々の融着部の面積が、押さえられた彫刻面（ドットサイズ）の面積と同一面積の円の直径にして0.1~0.5 mmの範囲にあることが好ましい。エンボスの接着面積率もいろいろ変更可能であるが、8%以下の接着面積で少なくとも250 g/2 cmの接着強度が出せれば使用上問題ない。接着条件は、不織布Aを構成するポリマーの第1成分と第2成分の構成比により適正值が変化する。従って、通常は70~220℃の範囲で10℃刻み前後でスクリーニングすれば適正な接着条件を決定できる。なお、融着面積率は積層を目的とする際には3~40%が好ましく、5~25%が更に好ましい。

【0026】充填率調整を目的として、不織布をカレンダー処理する場合には、充填率を0.2~0.9の間にすることが好ましい。カレンダー処理に関しては、処理シートの形態安定性（セット性）の観点から、加工前の不織布充填率を基準として、少なくとも50%以上充填率が高くなる事が好ましく、更に好ましくは、100%以上高くすることが好ましい。ポリエステル系の不織布の場合には、カレンダーの加工温度は50℃以上かつ220℃以下が好ましく、更に好ましくは、80℃以上200℃以下である。

【0027】本発明の不織布を得るための方法としては、第1成分としては極限粘度が0.4~1.2のPBT、第2成分としては極限粘度が0.4~0.7のPETまたは極限粘度が0.4~1.0以下のPPTを使用することが好ましい。

【0028】本発明で、第1成分と第2成分の混合方法としては、該ポリマー混合物の温度を230℃以上285℃以下の温度で、押出機スクリューの回転速度が5~30 RPMの間で0.5~10分混合してのち押し出す必要がある。押出温度、回転数と滞留時間は剪断による分子切断やエステル結合の交換反応などによりポリマー粘度が大きく変動することのない条件域であり、ポリマー粘度の安定化のためには温度が低いほど、スクリューの回転速度が本発明域の中では高いほど、滞留時間が短いほど特に好ましい。スクリュー回転速度については30 RPMより高速で回転するとエステル交換反応あるいは剪断による分子鎖切断によると考えられる粘度の

for melt-adhered part surface area to become 8 % of surface area of nonwoven fabric entirety, engraving is done on nonwoven fabric B which second component of said nonwoven fabric the 50 to 100 % is contained for adhesion strength to be 250g/2 cm or greater, furthermore it is a preferably 500g/2 cm or greater and a particularly preferably 750g/2 cm or greater. adhesion strength depends on also engraving form of embossing; but surface area of the individual melt-adhered part which was held down, it is desirable to be range of the 0.1 to 0.5 mm, to surface area of engraving surface (dot size) which was held down and diameter of circle of same surface area. Also adhesion area ratio of embossing is various changeable, but if it can put out adhesion strength of 250g/2 cm at least with adhesion area of 8 % or lower, a problem in regard to use there is not. As for adhesion condition, proper value changes with 1st component of polymer which forms nonwoven fabric A and proportion of second component. Therefore, if usually in range of 70 to 220 °C screening it does at 10 °C cutting front and back, proper adhesion condition can be decided. Furthermore, as for melt-bonded surface area ratio when designating laminate as object, 3 to 40 % is desirable, 5 to 25 % furthermore is undesirable.

[0026] With fill factor adjustment as object, when calendering it does nonwoven fabric, it is desirable to designate fill factor as between 0.2 to 0.9. In regard to calendering, at least it is desirable from viewpoint of the form stability (setting property) of treated sheet, with nonwoven fabric fill factor before processing as reference, for the 50 % or higher fill factor to become high, furthermore preferably and to make, 100 % or higher high it is desirable. In case of nonwoven fabric of polyester, fabrication temperature of calendering 50 °C or higher and 220 °C or below is desirable, furthermore it is a preferably and a 80 °C or higher 200 °C or below.

[0027] It is desirable PBT of 0.4 to 1.2, as second component as 1st component as the method in order to obtain nonwoven fabric of this invention, intrinsic viscosity the intrinsic viscosity for PET or intrinsic viscosity of 0.4 to 0.7 to use PPT of the 0.4 to 1.0 or below.

[0028] With this invention, with temperature of 230 °C or higher 285 °C or below, rotational speed of extruder screw the 0.5 to 10 min mixing temperature of said polymer blend between 5 to 30 rpm as mixing method of 1st component and second component, after it is necessary to push out. extrusion temperature, rotation rate and residence time are condition area which does not have the times when polymer viscosity fluctuates largely with molecular cleavage and the exchange reaction etc of ester bond due to shear, for being stabilized the polymer viscosity rotational speed of extent and screw where temperature is low in this invention limits high extent and extent where residence time is short especially is desirable.

低下が著しくなり、紡糸が不安定になる。回転数が5 RPMより小さくなると混合が不十分になり紡糸の安定化の観点や熱的寸法安定化の斑を生じて好ましくない。該ポリマーの熔融滞留時間は、0.5～10分の間に設定するのがよく、好ましくは0.5～5分である。混合方式の最も好ましい形態のひとつとしては、2軸押出機によりできるだけ短時間で均一に混合する事も好ましい。また、あらかじめ2軸押出機などで混練りを実施した後、ベレット化しておいて、該ベレットを通常の一軸押出機で押し出しても良い。場合によっては、予め該組成のポリマーを共重合したポリマーを用いてもよい。

【0029】本発明の不織布を製造する方法の望ましい形態のひとつとしては、スパンボンド法またはメルトブロー法押出機において、押出機により押し出した該混合物の押出温度を230℃以上275℃以下の温度域に設定し、単孔あたりで0.1g/分以上3.0g/分以下で押し出してのち細化させる事が好ましい。吐出量を単孔あたりで0.1g/分より小さくすると加熱配管内での滞留時間が長くなり熱劣化やエステル交換反応が進み易いため粘度が著しく低下し、また粘度斑が発生するため操業性が悪くなる。他方、3.0g/分より大きな吐出量でも紡糸が不安定になり糸切れが発生し易くなったり、不織布の高温での寸法安定性に問題を生じる。特に、極細繊維の製造に有利なメルトブロー法においては、単孔あたりで0.1g/分以上1.0g/分以下で熔融押し出しの後エア温度が230℃以上320℃以下の温度のエアにより該ポリマーを牽引伸長させる事が好ましい。なお、ポリマー吐出温度が275℃をこえると乾熱収縮率が高くなり、230℃未満になると糸切れしやすくなり好ましくない。

#### 【0030】

【発明の実施の形態】本発明の最も好ましい実施形態のひとつとしては、該不織布や被積層シート状物の素材が、ポリエステル系のポリマーである場合がある。たとえば、PETよりなるスパンボンド不織布やフィルムなどシート状物と本発明の不織布を積層してのち70～220℃の間の温度域でエンボスカレンダーロールにより融着一体化して使う事が好ましい形態のひとつである。特

When from 30 rpm it turns with high speed, concerning screw revolution velocity according to molecular chain cleavage due to transesterification or shear decrease of the viscosity which is thought becomes considerable, yarn-spinning becomes the unstable. When rotation rate becomes smaller than 5 rpm, mixture becomes the insufficient and causes viewpoint of stability conversion of yarn-spinning and and mottling of thermal dimensional stabilization is not desirable. As for melt residence time of said polymer, it is good to set between 0.5 to 10 min, it is a preferably 0.5 to 5 min. As one of form where blending method is most desirable, as much as possible also it is desirable with twin screw extruder to mix to uniform with the short time. In addition, after beforehand executing mixture with such as twin screw extruder, the pelletizing doing, extrusion it is good doing said pellet with conventional single screw extruder. Depending upon in case, making use of polymer which beforehand copolymerizes polymer of said composition it is good.

[0029] As one of shape where method which produces nonwoven fabric of the this invention is desirable, extrusion it is in spunbonded process or melt blowing method extruder, with the extruder to set extrusion temperature of said blend to temperature region of 230 °C or higher 275 °C or below, with per single hole extrusion doing below 0.1 g/min or more 3.0 g/minute, rear thinning it is desirable to do. When extrusion amount is made smaller than 0.1 g/minute with per single hole, the residence time inside heating pipe becomes long and because thermal degradation and the transesterification are easy to advance viscosity decreases considerably, in addition because viscosity mottling occurs operation becomes bad. Even with bigger extrusion amount than other and 3.0 g/minute yarn-spinning becomes the unstable and yarn break is likely, to occur causes problem in the dimensional stability with high temperature of nonwoven fabric. With per single hole rear air temperature of melt extrusion traction elongation the said polymer it is desirable below 0.1 g/min or more 1.0 g/minute with air of temperature of the 230 °C or higher 320 °C or below especially, in production of extremely thin fiber regarding beneficial melt blowing method, to do. Furthermore, when polymer discharge temperature exceeds 275 °C, dry heat shrinkage is high either, when it is under 230 °C, yarn break to be easy to do or is not desirable.

#### [0030]

[Embodiment of Invention] Material of said nonwoven fabric and suffering laminated sheet ones, are times when it is a polymer of polyester as one of embodiment where this invention is most desirable. Laminating nonwoven fabric of sheet and this invention, such as spun bond nonwoven fabric and the film which consist of for example PET melt adhesion unifying with temperature region between rear 70 to 220 °C with embossing

に、本発明の不織布がメルトブロー法により得られる不織布である場合には、強度が小さくなりやすいため、スパンボンド不織布やフィルムなどとの積層により補強する事が特に好ましい。

## 【0031】

【実施例】以下に示す実施例は本発明をより明確にするものであり、本発明はこれに限定されるものではない。実施例における各物性値は、次の方法により測定した。

## イ. 平衡融点

190℃から各ポリマー融点までの4～5点の温度(Tc)で等温結晶化させたサンプルをDSCにより融点(Tm)測定を行い、それらの回帰直線とTc=Tm直線との交点を平衡融点とした。

## 【0032】ロ. 結晶化速度

過冷却度1.5での結晶化速度を、図1に示した小角光散乱法装置により求めた。つまり、サンプルにHe-Ne(ヘリウム-ネオン)レーザーを照射して、その散乱光の散乱強度I<sub>HV</sub>(q)と散乱角θの時間依存性を測定し、散乱光強度のqに対する積分値QH<sub>V</sub>を求めた。このQH<sub>V</sub>は、結晶の体積分率と比例するとして、結晶化速度dQH<sub>V</sub>/dtを求めた。測定装置により絶対値の変動がある際には、極限粘度0.58のPBTレジン(三菱レイヨン社製N-1500)の結晶化速度を基準として、その値が75に成るように比例定数を決定して比例換算すればよい。ここでqは変換パラメーターであり、以下の式により計算される。

$$q = (4\pi/\lambda) \sin(\theta/2)$$

また、tは時間を、λは波長を示す。

## 【0033】ハ. 極限粘度

パラクロルフェノールとテトラクロロエタンを質量比で3:1に混合した溶液25mlに、乾燥ポリマーを0.1g溶解して、ウベローゼ粘度管に入れ、30℃の温度での落下速度を測定し、ハギンスの式を用いて決定した。簡単のため、PPTおよびPBTについても、相対粘度から極限粘度の換算式はPETと同一の式を用いて算

calendering roll, it is one of shape whose it is desirable to use. Especially, when nonwoven fabric of this invention it is a nonwoven fabric which is acquired by melt blowing method, strength damages to become small easily, especially it is desirable to reinforce with laminate of spun bond nonwoven fabric and film etc.

## [0031]

[Working Example(s)] Working Example which is shown below is something which makes this invention clearer, this invention is not something which is limited in this. It measured each property value in Working Example, due to following method.

## A. equilibrium melting point

It measured sample which isothermal crystallization is done melting point (T<sub>m</sub>) from 190 °C with DSC with temperature (T<sub>c</sub>) of 4 to 5 points to each polymer melting point, designated those regression line and intersection of T<sub>c</sub>=T<sub>m</sub> straight line as equilibrium melting point.

## [0032] B. crystallization rate

It sought with small angle light scattering method equipment which shows crystallization rate with supercooling degree 1.5, in the Figure 1. In other words, irradiating He-Ne (helium-neon) laser to sample, it measured scattering intensity I<sub>HV</sub>(q) of scattered light, and time-dependence of scattering angle it sought the integrated value QH<sub>V</sub> for q of scattered light strength. This QH<sub>V</sub>, assuming that it is proportionate with volume fraction of the crystal, sought crystallization rate dQH<sub>V</sub>/dt. Case where there is fluctuation of absolute value depending upon the measuring apparatus, in order for value to become 75 with crystallization rate of the PBT resin (Mitsubishi Rayon make N-1500) of intrinsic viscosity 0.58 as reference, deciding proportional constant, if it should have been proportionate converts. q is conversion parameter here, it is calculated by the formula below.

$$Q = (4/\lambda) \sin(\theta/2)$$

In addition, as for t time, as for wavelength is shown.

## [0033] C. intrinsic viscosity

Para chloro phenol and tetrachloroethane 0.1 g melting dry polymer in solution 25 ml which is mixed to 3:1 with mass ratio, you inserted in Ubbelohde's viscometer tube, measured falling rate with temperature of 30 °C, you decided making use of Huggins equation. For simplicity, concerning PPT and PBT, it calculated the equation of intrinsic viscosity from relative

出した。

#### 【0034】ニ. 平均繊維径

2000倍(走査型電子顕微鏡)の拡大写真より、500本の繊維径をノギスにより読み取り、その算術平均を平均繊維径とした。

#### ホ. 充填率

7 g/cm<sup>2</sup>の荷重下で不織布厚みを測定し、目付を厚みとポリマー密度の積で割った値である体積充填率を採用した。

#### 【0035】ヘ. 乾熱収縮率

一辺16cmの正方形のシートをきりだし、オープンにより第1成分ポリマーの融点とガラス転移温度の平均値の温度で15分間熱処理したのち4辺の長さの和の変化率より求めた。

#### 【0036】ト. 接着強度

積層シートをサンプル長10cm×幅2cmの矩形に切り出し、接着面を5cmの長さ分だけ手で剥離させた状態にして、剥離された部分を、把持長が5cmになるように上下何れかのチャックに挟んで引っ張り強度測定機にセットし、5cm/分で引っ張り試験を行った際の張力と歪みの関係を求めて、2つの不織布が完全に剥離してしまうまでの間の最大張力を接着強度とした。

#### 【0037】チ. 液体フィルター性能

40 g/m<sup>2</sup>のシートを直径φ47mmにくりぬき、5枚積層してホルダーに設置し、0.6 μmのアルミナ粒子を100 PPM分散させたイオン交換水を用いて、線速度5 cm/分、有効濾過面積13.8 cm<sup>2</sup>で濾過試験を実施し、濾過開始後に出口濃度が最大になった時点での入口濃度と出口濃度を用いて、[(入口濃度-出口濃度)/入口濃度]×100より初期濾過精度を求めた。濃度の測定は三菱化成製ポイック濃度計を用いた。

#### 【0038】実施例1～3

三菱レイヨン株式会社製PBT(品名:N-1500, 極限粘度0.58)と東洋紡績株式会社製PET(品名:RE530, 極限粘度0.62)を混合質量を変更し

viscosity making use of same formula as the PET.

#### [0034] D. average fiber diameter

Reading and arithmetic mean were designated as average fiber diameter from magnified photograph of the 2000 time (scanning electron microscope), fiber diameter of 500 with calipers.

#### E. fill factor

Nonwoven fabric thickness was measured under load of 7 g/cm<sup>2</sup> weight the volume fill factor which is a value which is divided by product of thickness and the polymer density was adopted.

#### [0035] F. dry heat shrinkage

Sheet of square of one edge 16 cm with melting point of 1st component polymer and the temperature of mean value of glass transition temperature 15 min thermal processing after doing, was sought from change ratio of sum total of length of 4 edges with drill putting out and oven.

#### [0036] G. adhesion strength

Laminated sheet in rectangular of sample length 10 cm X width 2 cm to cut, In order for grip length to become 5 cm, putting between to the top and bottom either chuck, it sets portion which is exfoliated just the longitudinal part of 5 cm adhesion surface to state which is exfoliated by the hand, to tensile strength measurement machine, case where tensile test was done with the 5 cm/min until seeking relationship of tension between distortion, the 2 nonwoven fabric peels off completely, it designated maximum tension between as the adhesion strength

#### [0037] H. liquid filter performance

You hollowed out sheet of 40 g/m<sup>2</sup> in diameter 47 mm, 5 laminated and installed in holder, you executed filtration test with linear velocity 5 cm/min and effective filtration area 13.8 cm<sup>2</sup> making use of deionized water which alumina particle of 0.6 μm 100 ppm is dispersed, with time point where after the filtration start outlet concentration had become maximum you sought initial stage filtration accuracy from [(inlet concentration - outlet concentration) / inlet concentration] X 100 making use of inlet concentration and outlet concentration. Measurement of concentration used Mitsubishi Kasei make Poic densitometer.

#### [0038] Working Example 1 to 3

Mitsubishi Rayon Co. Ltd. (DB 69-055-3821) make PBT (trade name: N-1500, intrinsic viscosity 0.58) and Toyobo Co. Ltd. (DB 69-053-8160) make PET (trade name: RE530, intrinsic

て、該ポリマー混合物の温度を275℃で、押出機スクリュウの回転速度が25RPMの間で3分混合してのち押し出した混合物を、該ポリマー混合物の温度を260℃から270℃までの温度域で単孔あたりで0.5g/分で押し出してメルトブロー法紡糸を実施した。紡糸条件は平均繊維径が2~3μmの間になるように調整した。得られた不織布は乾熱収縮率が小さく後加工で熱をかけても寸法変化が小さく問題がなかった。また、不織布の積層加工性をみるために東洋紡績株式会社製のPETスパンボンド不織布(品名:6601A)と160℃でエンボス加工を実施した。全ての接着強度は十分で剥離は生じなかった。詳細を表1に示した。

#### 【0039】比較例1~3

三菱レイヨン株式会社製PBT(品名:N-1500, 極限粘度0.58)と東洋紡績株式会社製PET(品名:RE530, 極限粘度0.62)を混合質量比を別表のように変更して、該ポリマー混合物の温度を280℃で、押出機スクリュウの回転速度が25RPMの間で3分混合してのち押し出した混合物を、該ポリマー混合物の温度を250℃から285℃の温度域で単孔あたりで0.5g/分で押し出してメルトブロー法紡糸を実施した。紡糸条件は平均繊維径が2~3μmの間になるように調整した。比較例2、比較例3の不織布は乾熱収縮率が高く、後加工で熱をかけた際に不均一な皺を生じて、後加工通過性に問題があった。一方、比較例1の不織布はPETスパンボンド不織布と接着しようと試みたが160℃では全く接着されなかった。そこで225℃までカレンダーローラーを加熱したが、接着強度が低く、接合面は容易に手で剥離させる事ができ接着が不十分であった。この際、積層シートの一部が溶融透明化する部分を生じるという問題も生じた。詳細を表1に示した。

#### 【0040】実施例4

極限粘度が0.58のPBTと極限粘度が0.75のPETを混合質量比60:40で混合して、該ポリマー混合物の温度を275℃で、押出機スクリュウの回転速度が25RPMの間で3分混合してのち押し出した混合物を、該ポリマー混合物の温度を260℃で単孔あたりで0.5g/分で押し出してメルトブロー法紡糸を実施し

viscosity 0.62) modifying mixed mass, with 275 °C, rotational speed of extruder screw 3 min mixing the temperature of said polymer blend between 25 rpm, rear extrusion it is blend, with temperature region to 260 to 270 °C with per single hole with 0.5 g/minute extrusion doing temperature of said polymer blend it executed melt blowing method yarn-spinning. In order for average fiber diameter to be between 2 to 3 μm, you adjusted the spinning condition. as for nonwoven fabric which is acquired dry heat shrinkage applying heat small with postprocessing, dimensional deformation to be small did not have problem. In addition, in order to look at lamination characteristic of nonwoven fabric the embossing was executed with PET spun bond nonwoven fabric (trade name :6601A) and 160 °C of Toyobo Co. Ltd. (DB 69-053-8160) make. As for all adhesion strength as for exfoliation it did not occur with fully. Details were shown in Table 1.

#### [0039] Comparative Example 1 to 3

Mitsubishi Rayon Co. Ltd. (DB 69-055-3821) make PBT (trade name :N - 1500, intrinsic viscosity 0.58) and Toyobo Co. Ltd. (DB 69-053-8160) make PET (trade name :RE530, intrinsic viscosity 0.62) like separate table modifying the blended mass ratio, with 280 °C, rotational speed of extruder screw 3 min mixing the temperature of said polymer blend between 25 rpm, rear extrusion it is blend, from 250 °C with temperature region of 285 °C with per single hole with the 0.5 g/minute extrusion doing temperature of said polymer blend, it executed melt blowing method yarn-spinning. In order for average fiber diameter to be between 2 to 3 μm, you adjusted the spinning condition. Causing nonuniform wrinkle occasion where nonwoven fabric of Comparative Example 2 and the Comparative Example 3 dry heat shrinkage was high, applied heat with postprocessing, there was a problem in postprocessing passableness. On one hand, that it will glue with PET spun bond nonwoven fabric, you tried, nonwoven fabric of the Comparative Example 1 but with 160 °C it did not glue completely. Then calendaring roller was heated to 225 °C, but adhesion strength was low, as for the joint surface it was possible to exfoliate easily by hand and, glueing was insufficient. In this case, also problem that occurred portion of laminated sheet caused the portion which dissolving clarification is done. Details were shown in Table 1.

#### [0040] Working Example 4

Intrinsic viscosity PBT and intrinsic viscosity of 0.58 mixing PET of the 0.75 with blended mass ratio 60:40, with 275 °C, rotational speed of extruder screw 3 min mixing temperature of said polymer blend between 25 rpm, rear extrusion it is the blend with 260 °C with per single hole with 0.5 g/minute extrusion doing temperature of said polymer blend, melt blowing

た。乾熱収縮率は3.2%であり、PETスパンボンドとの積層接着性も良好であった。詳細を表1に示した。

method yarn-spinning was executed. dry heat shrinkage was 3.2 %, also laminate adhesiveness of PET spun bond was satisfactory. Details were shown in Table 1.

【0041】

[0041]

【表1】

[Table 1]

項 目	種 別	実 施 例				比 較 例		
		1	2	3	4	1	2	3
第一成分	平衡融点(℃)	232	232	232	232	232	232	232
	結晶化速度(1/θ)	75	75	75	75	75	75	75
	極限粘度	0.58	0.58	0.58	0.58	0.58	0.58	0.58
	系 材	PBT	PBT	PBT	PBT	PBT	PBT	PBT
第二成分	平衡融点	280	280	280	237	280	280	280
	結晶化速度(1/θ)	0.4	0.4	0.4	1.6	1.6	1.6	1.6
	極限粘度	0.62	0.62	0.62	0.75	0.62	0.62	0.62
	系 材	PET	PET	PET	PPT	PET	PET	PET
混合質量比 (第1成分/第2成分)		90/10	70/30	50/50	60/40	100/0	35/65	0/100
ポリマー吐出温度(℃)		260	265	270	260	250	280	285
ポリマー吐出量 (g/分・孔)		0.5	1.0	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
エアー温度(℃)		300	300	300	300	300	300	350
製糸状態		良好	良好	良好	良好	良好	綿状	良好
平均繊維径(μm)		2.3	2.9	2.5	2.6	2.1	2.8	2.9
充填率		0.22	0.15	0.13	0.12	0.20	0.25	0.10
乾熱収縮率(%)		2	4	8	5	1	29	61
接合強度(g/2cm)		255	370	515	345	<10	630	875

【0042】実施例5

実施例1の不織布をプレーン樹脂カレンダーによりロール温度160℃、線圧25Kg/cm、20m/分で平滑化処理を実施した。シートは毛羽立ちが少なく良好であった。

[0042] Working Example 5

Smoothing treatment was executed with roll temperature 160 °C, line pressure 25 Kg/cm and 20 m/min thenonwoven fabric of Working Example 1 with plane resin calendering. sheet fuzz to be little was satisfactory.

【0043】比較例4

比較例1の不織布をプレーン樹脂カレンダーにより、ロール温度160℃、線圧25Kg/cm、20m/分で平滑化処理を実施した。シートを指でこすると毛羽立ち

[0043] Comparative Example 4

Nonwoven fabric of Comparative Example 1 with plane resin calendering, smoothing treatment was executed with the roll temperature 160 °C, line pressure 25 Kg/cm and 20 m/min.

を生じた。シートを折曲げるとその部分の厚みもどって厚くなりカレンダー加工性が不十分であった。

## 【0044】

【発明の効果】本発明の要件を満たす不織布は、寸法安定性、接着性がよいためフィルター材などとしての利用や積層加工される不織布として好適である。特に本発明の不織布がポリエステルで構成される場合には、ポリプロピレンと比べて特に優れた特性である親水性や耐熱性、強伸度特性を持つ不織布やその積層体を比較的低コストで生産性良く供給することが可能となり、フィルターや衣料用不織布、医療用不織布などに好適な不織布を供給できる。また、該不織布のすぐれた寸法安定性や接着性により後加工性が著しく好適となる。

【0045】本発明の製造法を適用することにより寸法安定性がよくかつ熱融着性や熱接着性のよい不織布を効率的に生産することが可能となる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】散乱光の強度測定装置図のブロックダイアグラム図である。

## 【符号の説明】

- 1 He-Neレーザー
- 2 ピンホール
- 3 サンプル
- 4 アナライザー
- 5 フォトダイオード受光ユニット
- 6 変換・調整ユニット
- 7 処理装置
- 8 表示画面

When sheet is rubbed with finger, feather was caused. When sheet is bent, thickness of portion returning, it became thick and calendering process characteristic was insufficient.

## [0044]

[Effects of the Invention] Nonwoven fabric which fills up requisite of this invention, because dimensional stability, adhesiveness is good, is ideal utilization and as nonwoven fabric which lamination as the filter etc is done. Especially, when nonwoven fabric of this invention consists polyester, it becomes possible, can supply preferred nonwoven fabric to filter and clothing nonwoven fabric and the medical nonwoven fabric etc to supply nonwoven fabric and laminate which have hydrophilicity and the heat resistance and tenacity which are a characteristic which especially is superior in comparison with polypropylene relatively productivity well with low cost. In addition, post processing property to be considerable becomes ideal depending upon the dimensional stability and adhesiveness where said nonwoven fabric is superior.

[0045] Dimensional stability to be good and producing nonwoven fabric where hot melt adhesion and the hot-melt adhesiveness are good in efficient becomes possible by applying production method of the this invention.

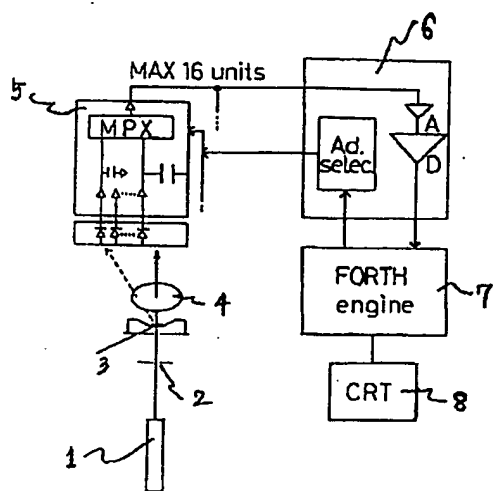
## [Brief Explanation of the Drawing(s)]

[Figure 1] It is a block diagram figure of strength measurement equipment drawing of scattered light.

## [Explanation of Reference Signs in Drawings]

- 1 He - Ne laser
- 2 pinhole
- 3 sample
- 4 analyzer
- 5 photodiode incident light unit
- 6 conversion \* adjustment unit
- 7 processor
- 8 display screen





【図 1】

[Figure 1]